

? S PN=SU 1696505

S5 1 PN=SU 1696505

? T 5/3,AB/1

5/3,AB/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

009187108

WPI Acc No: 1992-314547/\*199238\*

XRAM Acc No: C92-139866

**Prodn. of aminoethyl aziridine - by reacting aq. soln. of N-beta-halo- or sulphony-ethyl-ethylene diamine halo-hydrate or sulphate with aq. alkali soln.**

Patent Assignee: CHEM PHYS INST (CHPH-R)

Inventor: ELNATANOV YU I; KOSTYANOVSKII R G

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
SU 1696505	A1	19911207	SU 4746711	A	19891009	199238 B

Priority Applications (No Type Date): SU 4746711 A 19891009

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
SU 1696505	A1		2	C07D-203/02	

Abstract (Basic): SU 1696505 A

The proposed prodn.of 1-(2-amino ethyl)-aziridine (I) comprises reacting an aq. soln. of N-beta- halo- (or sulphony-) ethylethylene diamine halohydrate or sulphate with an aq. alkali soln.in the molar ratio 1:3 at 20 deg.C for 3.5-5 hrs. or at 100 deg.C for 25-30 min. The process is carried out in a single stage and yields 69-75% of (I). Aq. solns. of (I), of concn. 0.7-14.2% can be directly used as virus and bacteria inactivating agents or chemical super-mutagenes. The method is simple and safe and eliminates the stage of sepn. of 1-(2-aminoethyl)-aziridine.

USE/ADVANTAGE - (I) can be used as inactivator of virus and bacteria or mutagenic agent. The method increases yield of (I), simplifies technology and improves the process safety. Bul.45/7.12.91  
Dwg.0/0

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1696505 A1

(31)5 C 07 D 203/02

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГКНТ СССР

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1

(21) 4746711/04

(22) 09.10.89

(46) 07.12.91. Бюл. № 45

(71) Институт химической физики-им. Н.Н. Семенова

(72) Р.Г. Костяновский и Ю.И. Эльнатов

(53) 547.71.07(088.8)

(56) Авторское свидетельство СССР

№ 1177297, кл. C 07 D 203/02, 28.02.83.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 1-(2-АМИНОЭТИЛ)-АЗИРИДИНА

(57) Изобретение относится к гетероциклическим соединениям, в частности к получе-

2

нию 1-(2-аминоэтил)-азиридина, который может быть использован в качестве инактиватора вирусов и бактерий. Цель - увеличение выхода целевого продукта, упрощение процесса и повышение его безопасности. Получение ведут реакцией водного раствора галогенгидрата или сульфата N-β-галоген(или сульфокси)-этилэтилендиамина с водным раствором щелочи при их молярном соотношении 1:3 при 20°C в течение 3,5-5 ч либо при 100°C в течение 25-30 мин. Процесс идет в одну стадию с выходом 69-75%.

Изобретение относится к способу получения 1-(2-аминоэтил)-азиридина, который находит применение в качестве инактиватора вирусов и бактерий.

Цель изобретения - увеличение выхода целевого продукта, повышение безопасности и упрощение процесса его получения.

Получение ведут путем взаимодействия водного раствора галогенгидрата или сульфата N-β-галоген(или сульфокси)этилэтилендиамина с водным раствором щелочи при их молярном соотношении 1:3 при 20°C в течение 3,5-5 ч, либо при 100°C в течение 25-30 мин.

Пример 1. К раствору 0,015 г (0,077 ммоль) дихлоргидрата β-хлорэтилэтилендиамина (II) (Спектр ПМР в D<sub>2</sub>O, δ в м.д. от H<sub>2</sub>O = 5,0): 4,15 (CH<sub>2</sub>Cl) 3,79 (CH<sub>2</sub>NH<sub>3</sub>); 3,73 (CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>), 3,66 (CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>) в 1,5 мл

D<sub>2</sub>O (0,99%-ный раствор) добавляют раствор 0,013 г (0,232 ммоль) KOH в 1,5 мл D<sub>2</sub>O (0,86%-ный раствор). Помещают полученный раствор в две ампулы для ПМР-спектрокопии: одну выдерживают при 20°C в течение 5 ч (спектр ПМР снимают через каждые 30 мин) и получают 68,9% 1-(2-аминоэтил)-азиридина (I) и 31,1% пиперазина, конечная концентрация (I) в полученном растворе 0,68%. Вторую ампулу выдерживают на кипящей водяной бане (на контрольном термометре 100°C) в течение 30 мин (спектр ПМР снимают через каждые 5 мин) и получают 69,0% (I) и 31,0% пиперазина. Конечная концентрация (I) в полученном растворе 0,68%.

Пример 2. Аналогично примеру 1 из 52 мг (0,266 ммоль) II в 1,0 мл D<sub>2</sub>O (4,94%-ный раствор) и 43,5 мг (0,777 ммоль) KOH в

(19) SU (11) 1696505 A1

BEST AVAILABLE COPY

1.0 мл D<sub>2</sub>O (4,1%-ный раствор) при 20°C за 5 ч получают 71,65% (I) и 28,35% пиперазина, конечная концентрация соединения I в полученном растворе 3,54%; при 100°C за 25 мин образуется 74,29% (I) и 25,71% пиперазина, конечная концентрация (I) в этом растворе 3,67%.

Пример 3. Аналогично из 50,0 мг (0,256 ммоль) II в 0,4 мл D<sub>2</sub>O (11,11%-ный раствор) и 43,0 мг (0,767 ммоль) KOH в 0,4 мл D<sub>2</sub>O (9,71%-ный раствор) получены при 20°C за 4,5 ч 68,97% (I) и 31,03% пиперазина, конечная концентрация (I) в полученном растворе 7,66%.

Пример 4. Аналогично примеру 1 из 0,1 г (0,51 ммоль) II в 0,4 мл D<sub>2</sub>O (20%-ный раствор) и 84,3 мг (1,51 ммоль) KOH в 0,4 мл D<sub>2</sub>O (17,36%-ный раствор) за 3,5 ч при 20°C получены 70,97% (I) (Спектр ПМР в D<sub>2</sub>O,  $\delta$  м.д. от H<sub>2</sub>O = 5,0): 1,55 и 1,95 (CH<sub>2</sub>-цикла), 2,54 (CH<sub>2</sub>N) и 2,98 (CH<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>) и 29,03% пиперазина (Спектр ПМР в D<sub>2</sub>O,  $\delta$  м.д. от H<sub>2</sub>O = 5,0): 2,95 (с., CH<sub>2</sub>), конечная концентрация (I) в этом растворе 14,19%. При 100°C за 28 мин образуется 70,75% (I) и 29,25% пиперазина, конечная концентрация (I) — 14,15%.

Пример 5. Аналогично из 50,0 мг (0,152 ммоль) дибромгидрата  $\beta$ -бромэтилэтилендиамина (III) в 1,0 мл D<sub>2</sub>O (4,76%-ный раствор) и 25,5 мг (0,456 ммоль) KOH в 1 мл D<sub>2</sub>O (2,49%-ный раствор) получены при 20°C за 4,0 ч 70,1% (I) и 29,9% пиперазина, конечная концентрация (I) в растворе 3,34%; при 100°C за 27 мин образуется 73,18% (I) и 26,82% пиперазина, конечная концентрация (I) в этом растворе 3,48%.

Пример 6. Аналогично из 50,0 мг (0,227 ммоль) дисульфата сульфонилоксиэтилэтилендиамина (IV) в 1,0 мл D<sub>2</sub>O (4,76%-ный раствор) и 38,0 мг (0,68 ммоль) KOH в 1,0 мл D<sub>2</sub>O (3,66%-ный раствор) получены при 20°C за 4,5 ч 70,9% (I) и 29,1% пиперазина, конечная концентрация (I) в этом растворе 3,37%. При 100°C за 30 мин образуется 71,8% (I) и 28,2% пиперазина, конечная концентрация (I) в этом растворе 3,42%.

Пример 7. Аналогично из 0,1 г (0,215 ммоль) хлоргидрата сульфонилоксиэтилэтилендиамина (V) в 1,0 мл D<sub>2</sub>O (9,09%-ный раствор) и 51 мг (1,275 ммоль) NaOH в 1,0 мл D<sub>2</sub>O (4,85%-ный раствор) получены при 20°C за 5 ч 72,65% и 27,35% пиперазина, конеч-

ная концентрация (I) в этом растворе 6,6%. При 100°C за 30 мин образуется 72,05% (I) и 27,95% пиперазина, конечная концентрация (I) 6,55%.

Пример 8. К раствору 0,3068 г (1,6 ммоль) II в 0,5 мл дистиллированной воды при 20°C добавляют раствор 0,3 г (7,5 ммоль) NaOH в 0,5 мл дистиллированной воды. Через 3,5 ч по ПМР-спектру в D<sub>2</sub>O наблюдают образование 71,3% соединения I и 28,7% пиперазина. Конечная концентрация (I) в растворе 8,3%.

Пример 9. К смеси 0,349 г (1,8 ммоль) II и 0,315 г (5,6 ммоль) KOH добавляют 1 мл дистиллированной воды. Через 5 мин раствор прозрачный. За 3 ч при 20°C по ПМР-спектру наблюдают образование 71% (I) и 29% пиперазина. Конечная концентрация (I) в полученном растворе 9,4%.

Пример 10. К раствору 5,55 г (0,028 ммоль) II в 10 мл дистиллированной воды при 20°C добавляют раствор 4,01 г (0,1 моль) NaOH в 10 мл дистиллированной воды. За 3 ч по ПМР-спектру в D<sub>2</sub>O наблюдают образование 72% (I) и 28% пиперазина. Конечная концентрация (I) в полученном растворе 7,89%.

Таким образом, предлагаемый способ позволяет получать 1-(2-аминоэтил)-азиридины в одну стадию с выходом 69–75%, образующиеся его водные растворы в концентрациях 0,7–14,2% пригодны для непосредственного применения в качестве инактиватора вирусов и бактерий или в качестве химического супермутгена. Способ прост и безопасен, исключает стадию выделения 1-(2-аминоэтил)-азиридина.

#### Формула изобретения

Способ получения 1-(2-аминоэтил)-азиридина, отличающийся тем, что, с целью увеличения выхода целевого продукта, упрощения процесса и повышения его безопасности, водный раствор галогенгидрата или сульфата N- $\beta$ -галоген(или сульфокси)этилэтилендиамина подвергают взаимодействию с водным раствором щелочи при их молярном соотношении 1:3 при 20°C в течение 3,5–5 ч либо при 100°C в течение 25–30 мин.

1696505

Редактор А.Козориз

Составитель Э.Корнаева  
Техред М.Моргентал

Корректор Э.Лончакова

Заказ 4278

Тираж

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул.Гагарина, 101

BEST AVAILABLE COPY

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**BEST AVAILABLE COPY**